



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑩ DE 195 00 262 C 1

⑤① Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**C 23 C 14/02**  
C 23 C 14/32  
H 01 J 37/305

⑳ Aktenzeichen: 195 00 262.8-45  
㉔ Anmeld tag: 6. 1. 95  
㉕ Offenlegungstag: —  
㉖ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 28. 9. 95

DE 195 00 262 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉗ Patentinhaber:

METAPLAS Oberflächenveredelungstechnik GmbH,  
51427 Bergisch Gladbach, DE

㉘ Vertreter:

Watzke, W., Dipl.-Ing.; Ring, H., Dipl.-Ing.;  
Christophersen, U., Dipl.-Ing.; Rausch, M.,  
Dipl.-Ing.Univ., 40547 Düsseldorf; Bringmann, W.,  
Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 40545 Düsseldorf

㉙ Erfinder:

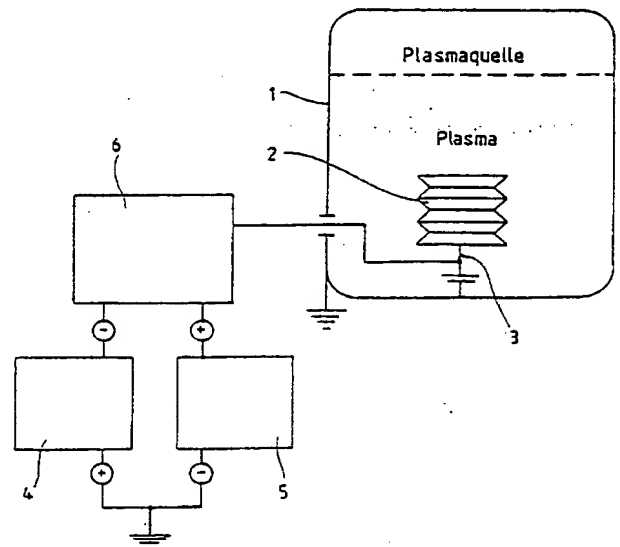
Vetter, Jörg, Dr., 51469 Bergisch Gladbach, DE;  
Maxam, Siegfried, 51766 Engelskirchen, DE;  
Schmidt-Mauer, Manfred, 51491 Overath, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

EP 4 84 704 A1  
WO 94 04 716 A1

⑤④ Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken

⑤⑦ Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken mittels Ionen und Elektronen, insbesondere vor der Plasmabeschichtung unter Vakuum nach dem PVD-Verfahren, wobei durch abwechselnden Beschuß mit Ionen und Elektronen die Werkstücke 2 gereinigt bzw. aufgeheizt werden. Um eine einfache und individuell genau steuerbare und darüber hinaus energiesparende Prozeßführung in der Ionenreinigungs- und Aufheizphase zu ermöglichen, wird vorgeschlagen, daß der Ionen- und Elektronenbeschuß durch jeweils eine eigene, voneinander und von dem Beschichtungsverfahren unabhängige, den jeweiligen Bedingungen angepaßte Gleichstromquelle 4, 5 hervorgerufen wird, die abwechselnd mittels eines einstellbaren Pulsgerätes 6 mit ihrem negativen bzw. positiven Pol mit einem Werkstückträger 3 verbunden werden.



DE 195 00 262 C 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken mittels Ionen und Elektronen, insbesondere vor der Plasmabeschichtung unter Vakuum nach dem PVD-Verfahren, wo bei durch abwechselnden Beschuß mit Ionen und Elektronen die Werkstücke gereinigt bzw. aufgeheizt werden.

Ein Verfahren, das die zwei nacheinander erfolgen den Prozeßschritte Heizung der Substrate mittels der Plasmaelektronen und Ionenreinigung der zur Beschichtung vorgesehenen Werkstücke (der sogenannten "Substrate") zum Inhalt hat, ist beispielsweise aus der EP-PS 0 484 704 bekannt. In der Heizphase sind bei diesem bekannten Verfahren die Substrate als Anode der Plasmaquelle geschaltet, wodurch die Plasmaelektronen angezogen werden. Es kann somit keine getrennte Regelung der Parameter der Plasmaerzeugung und der Parameter der Elektronenheizung vorgenommen werden. Darüber hinaus wirkt sich bei dem bekannten Verfahren die strenge Trennung von Substratheizung und Ionenreinigung ungünstig auf die Prozeßzeit aus. Zwar erfolgt während des Ionenreinigungs auch ein gewisser Energieeintrag durch die Energie der auftreffenden Ionen, jedoch ist diese Energie in der Regel zur Erwärmung der Substrate nicht ausreichend, sondern wird erst nach der Elektronenheizung zum "Halten" der Temperatur der Substrate (meist im Bereich von 200°C bis 500°C) während der Ionenreinigungsphase ausgenutzt.

Eine zeitlich schnell wechselnde Umschaltung der Prozeßschritte Elektronenheizung und der Ionenreinigung ist bei dem bekannten Verfahren nicht möglich, da die Substrate einmal mit einer eigenen Substratstromquelle negativer Spannung zum Zwecke der Ionenreinigung verbunden werden und ein anderes Mal als Anode der Plasmaquelle zum Zwecke der Elektronenheizung geschaltet werden. Eine schnelle Umpolung hätte Instabilitäten in der Plasmaerzeugung und somit eine schlecht kontrollierbare Prozeßführung zur Folge.

Des weiteren ist aus der PCT WO 94/04716 ein Verfahren zur Beschichtung, von Werkstücken mit Titanitrid bekannt, bei dem die Werkstücke durch Beschuß mit H-Ionen gereinigt und durch Elektronenbeschuß aufgeheizt, werden, wobei die Werkstücke bei dieser Behandlung im Bezug auf das Plasma mit einer negativen bzw. positiven Vorspannung versorgt werden. Bei diesem bekannten Verfahren ist die Aufheizung der Werkstücke mittels Elektronenbeschuß als der Ionenreinigung der Werkstücke nachgeschalteter Verfahrensschritt vorgesehen. Eine wechselnde Umschaltung der Verfahrensschritte Aufheizung mittels Elektronenbeschuß und Reinigung mittels H-Ionenbeschuß ist bei diesem bekannten Verfahren nicht vorgesehen und auch technisch kaum zu realisieren, da die Spannungsversorgung für die Werkstücke mit der Spannungsversorgung zur Erzeugung des Plasmas gekoppelt ist, weshalb auch in diesem Fall eine schnell wechselnde Umpolung ein instabiles Plasma zur Folge hätte.

Davon ausgehend liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken mittels Ionen und Elektronen zu schaffen, dessen Prozeßführung in der Ionenreinigungs- und Aufheizphase der Werkstücke einfach und individuell genau steuerbar sowie energiesparend ist.

Die Lösung der Aufgabenstellung ist dadurch gekennzeichnet, daß der Ionen- und Elektronenbeschuß durch jeweils eine eigene, voneinander und vom Behandlungsverfahren unabhängige, den jeweiligen Be-

dingungen angepaßte Gleichstromquelle hervorgerufen wird, die abwechselnd mittels eines einstellbaren Pulsgerätes über ihren negativen bzw. positiven Pol mit dem Werkstückträger verbunden werden.

Die Verwendung zweier unabhängiger und nur für die Ionenreinigung bzw. Elektronenerwärmung ausgelegter Stromquellen hat den Vorteil, daß die Reinigungs- und Aufheizzeiten optimiert werden können und darüber hinaus eine stabile Prozeßführung möglich ist, da die Stromquellen nicht gleichzeitig zur Erzeugung des Plasmas verwendet werden.

Gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird zur Ionenreinigung der Werkstücke eine Hochspannungs-Gleichstromquelle mit einer Spannung von bis zu 1000 V und einer Stromstärke von bis zu 10 A verwendet. Zum Aufheizen der Werkstücke hingegen wird eine Hochstrom-Gleichstromquelle mit einer Stromstärke von bis zu 100 A und einer Spannung von bis zu 40 V verwendet.

Mit der unterschiedlichen Auslegung der Gleichstromquellen für die Ionenreinigung und die Elektronenaufheizung, nämlich einmal als Hochspannungsquelle und einmal als Hochstrom- bzw. Niederspannungsquelle, wird dem Umstand Rechnung getragen, daß beispielsweise zur Ionenreinigung ein Ionenstrom von nur wenigen Ampere bei einer hohen Spannung von bis zu 1000 V ausreichend ist, wohingegen zur Erzeugung einer ausreichenden Elektronenstromdichte zur Elektronenheizung eine Stromstärke von bis zu einigen 100 A bei einer nur geringen Spannung notwendig ist.

Zur Erreichung einer optimalen und energiesparenden Prozeßführung wird ein Pulsgerät verwendet, dessen einstellbare Schaltfrequenz bis zu 300 kHz beträgt. Das Verhältnis der Einschaltzeiten zwischen der Aufheizphase und der Ionenreinigungsphase kann dabei zwischen 0,1 und 0,9 eingestellt werden.

Als Pulsgerät mit der notwendigen hohen Umschaltfrequenz wird vorteilhafterweise ein Halbleiter-Leistungs-Umschalter verwendet.

Weitere Einzelheiten und Vorteile ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung der zugehörigen Zeichnungen, in denen ein schematischer Aufbau sowie zwei Diagramme dargestellt sind. In den Zeichnungen zeigen:

Fig. 1 ein Spannungs-Strom-Kennliniendiagramm;

Fig. 2 eine schematische Darstellung einer Plasmabeschichtungsanlage und

Fig. 3 ein Spannungs-Strom-Zeit-Diagramm.

Wie aus dem in Fig. 1 dargestellten Spannungs-Strom-Kennliniendiagramm ersichtlich, sind für die Erzeugung ausreichender Elektronenstrom- bzw. Ionenstromdichten jeweils andere Stromstärken und Spannungen notwendig. So bedarf es beispielsweise für einen Elektronenstrom bei einer positiven Vorspannung von ca. 15 V einer Stromstärke von etwa 5 A, wohingegen für einen Ionenstrom bei einer negativen Vorspannung von 200 V nur ca. 0,2 A benötigt werden.

Um diesem unterschiedlichen Strom- bzw. Spannungsbedarf für den Ionen- und Elektronenfluß Rechnung zu tragen werden jeweils voneinander unabhängige, den jeweiligen Bedingungen angepaßte Gleichstromquellen verwendet, so daß eine optimal angepaßte und energiesparende Prozeßführung möglich wird. Diese Optimierung des Prozeßablaufes setzt jedoch voraus, daß die verwendeten unabhängigen und individuell ausgelegten Gleichstromquellen zusätzlich unabhängig von der Plasmaquelle betrieben werden.

In Fig. 2 ist schematisch der Aufbau für eine Plasma-

3  
beschichtungsanlage dargestellt. Eine Plasmabeschichtungsanlage besteht aus einer Kammer 1, die mit Hilfe einer (nicht dargestellten) Pumpe evakuiert werden kann. In der Kammer 1 sind die zu behandelnden und zu beschichtenden Werkstücke 2 auf einem Werkstückträger 3 angeordnet.

Das für das Beschichtungsverfahren notwendige Plasma wird von einer ebenfalls in der Kammer 1 angeordneten Plasmaquelle (beispielsweise durch kathodische Vakuumbogenverdampfung) erzeugt.

Vor der Einleitung der eigentlichen Beschichtungsphase ist jedoch eine Reinigung der Oberflächen der Werkstücke 2, z. B. von Oxidhäuten, die sich an der Luft gebildet haben, sowie ein Aufheizen der Werkstücke 2 auf die Prozeßtemperatur von 200°C bis 500°C erforderlich. Zur Erzeugung des für die Reinigung und die Aufheizung der Oberflächen der Werkstücke 2 erforderlichen Ionen- und Elektronenbeschusses sind außerhalb der Kammer 1 eine Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 sowie eine Hochstrom-Gleichstromquelle 5 angeordnet, die über ein zwischengeschaltetes Pulsgerät 6 geordnet, die über ein zwischengeschaltetes Pulsgerät 6 mit dem Werkstückträger 3 verbunden sind. Das Pulsgerät 6 dient dabei der Optimierung der Prozeßbedingungen, da insbesondere zur Verringerung der Aufheizzeit eine abwechselnde Schaltung zwischen Ionenbeschuß und Elektronenbeschuß der Werkstücke 2 erforderlich ist.

Das Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken 2 mittels Ionen und Elektronen läuft wie folgt ab:

Das für den Beschichtungsprozeß notwendige Plasma wird von einer nicht dargestellten Plasmaquelle, beispielsweise mittels kathodischer Vakuumbogenverdampfung, hergestellt, wobei die zur Erzeugung des Plasmas notwendigen Verdampferkathoden über separate, ebenfalls nicht dargestellte Gleichstromquellen versorgt werden.

Die Werkstücke 2 werden vor der eigentlichen Plasmabeschichtung einer Vorbehandlung unterzogen, nämlich einer Reinigung der Oberflächen der Werkstücke sowie der Aufheizung auf die notwendige Beschichtungsprozeßtemperatur. Die Reinigung der Oberflächen der Werkstücke 2 erfolgt durch Beschuß der Werkstücke 2 mit aus dem Plasma gebildeten Ionen. Hierzu wird die Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 über das Pulsgerät 6 mit ihrem negativen Pol mit dem Werkstückträger 3 verbunden. Infolge der bis zu 1000 V betragenden, von der Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 erzeugten Spannung werden aufgrund der hohen Potentialdifferenz zwischen der Verdampferkathode der Plasmaquelle und dem mit dem negativen Pol der Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 verbundenen Werkstückträger 3 die in dem Plasma gebildeten Ionen auf die auf dem Werkstückträger 3 angeordneten Werkstücke 2 hin beschleunigt. Dieser Beschuß der Oberflächen der Werkstücke 2 mit den beschleunigten Ionen bewirkt ein Abtragen von Verunreinigungen, wie beispielsweise Oxidhäuten, die sich an der Luft gebildet haben. Darüber hinaus bewirkt der Ionenbeschuß bereits eine Erwärmung der Oberfläche. Der Ionenbeschuß der Werkstücke 2 darf aber auch nicht beliebig verlängert werden, da dies zu einer Schädigung der Oberflächen der Werkstücke 2 führen könnte. Somit ist es erforderlich, daß die Werkstücke 2 auf eine andere Weise aufgeheizt werden. Hierzu wird nun nach dem Abstellen der Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 die Hochstrom-Gleichstromquelle 5 über ihren positiven Pol mit dem Werkstückträger 3 verbunden. Die eine

Stromstärke von bis zu 100 A liefernde Hochstrom-Gleichstromquelle 5 bewirkt eine hohe Potentialdifferenz zwischen dem jetzt positiv gepolten Werkstückträger 3 und dem durch die Plasmaquelle erzeugten Plasma.

Aufgrund dieser Potentialdifferenz werden die in dem Plasma gebildeten Elektronen auf die auf dem Werkstückträger 3 angeordneten Werkstücke 2 hin beschleunigt. Die im Vergleich zu den Ionen geringere Masse der Elektronen bewirkt eine hohe Beschleunigung der Elektronen und somit eine hohe kinetische Energie der auf die Werkstücke 2 auftreffenden Elektronen, wodurch die Werkstücke 2 bei dem Elektronenbeschuß aufgeheizt werden.

Zur Optimierung der Prozeßbedingungen des vorangeschilderten Verfahrens ist es notwendig, daß das abwechselnde Umschalten zwischen Ionenreinigung und Elektronenaufheizung innerhalb kürzester Zeit erfolgen kann. Zu diesem Zweck ist zwischen der Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 und die Hochstrom-Gleichstromquelle 5 das Pulsgerät 6 geschaltet, dessen Schaltfrequenz auf bis zu 300 kHz eingestellt werden kann.

In Fig. 3 ist schematisch der zeitliche Spannungs- und Stromverlauf dargestellt, wie er sich infolge der abwechselnden Schaltung durch das Pulsgerät 6 ergibt. Durch die Verwendung eines Halbleiter-Leistungs-Umschalters als Pulsgerät 6 ist es möglich, daß das Umschalten zwischen der Ionenreinigungs- und Elektronenaufheizungsphase nahezu totzeitfrei erfolgen kann. Aufgrund der hohen Schaltfrequenz des Pulsgerätes 6 und infolge der individuellen Auslegung der Hochspannungs-Gleichstromquelle 4 und der Hochstrom-Gleichstromquelle 5 kann mit dem voranstehend geschilderten Verfahren die Prozeßführung optimiert und energiesparend betrieben werden.

#### Bezugszeichenliste

- 1 Kammer
- 2 Werkstück
- 3 Werkstückträger
- 4 Hochspannungs-Gleichstromquelle
- 5 Hochstrom-Gleichstromquelle
- 6 Pulsgerät

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Plasmabehandlung von Werkstücken mittels Ionen und Elektronen, insbesondere vor der Plasmabeschichtung unter Vakuum nach dem PVD-Verfahren, wobei durch abwechselnden Beschuß mit Ionen und Elektronen die Werkstücke (2) gereinigt bzw. aufgeheizt werden, dadurch gekennzeichnet, daß der Ionen- und Elektronenbeschuß durch jeweils eine eigene, voneinander und vom Beschichtungsverfahren unabhängige, den jeweiligen Bedingungen angepaßte Gleichstromquelle (4, 5) hervorgerufen wird, die abwechselnd mittels eines einstellbaren Pulsgerätes (6) mit ihrem negativen bzw. positiven Pol mit einem Werkstückträger (3) verbunden werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Ionenreinigung der Werkstücke (2) eine Hochspannungs-Gleichstromquelle (4) mit einer Spannung von bis zu 1000 V und einer Stromstärke von bis zu 40 A, vorzugsweise 10 A, verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,

zeichnet, daß zum Aufheizen der Werkstücke (2) eine Hochstrom-Gleichstromquelle (5) mit einer Stromstärke von bis zu 300 A, vorzugsweise 100 A, und einer Spannung von bis zu 100 V, vorzugsweise 40 V, verwendet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein Pulsgerät mit einer Schaltfrequenz von bis zu 300 kHz, vorzugsweise 50 kHz, verwendet wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis der Einschaltzeiten der Aufheizphase zu den Einschaltzeiten der Ionenreinigungsphase zwischen 0,1 und 0,9 eingestellt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Pulsgerät (6) ein Halbleiter-Leistungs-Umschalter verwendet wird.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

Fig. 1

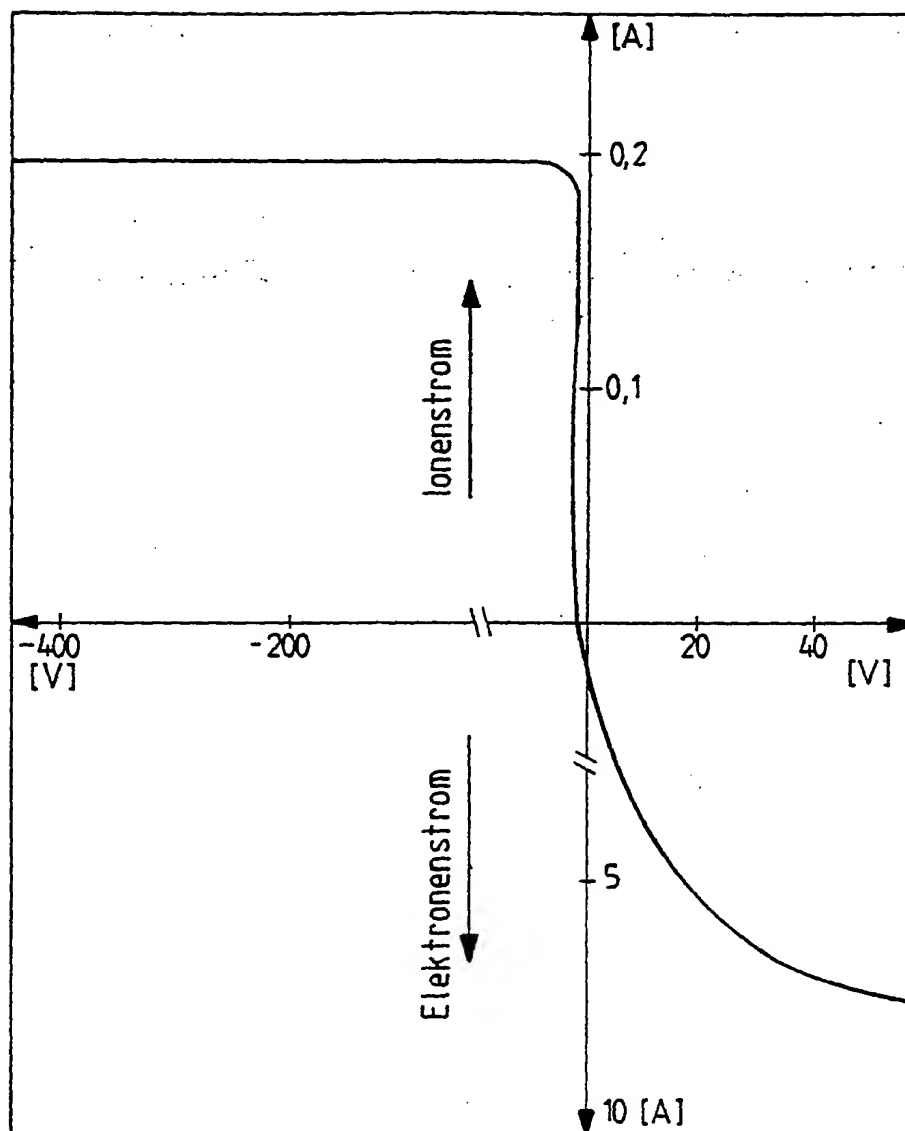


Fig. 2

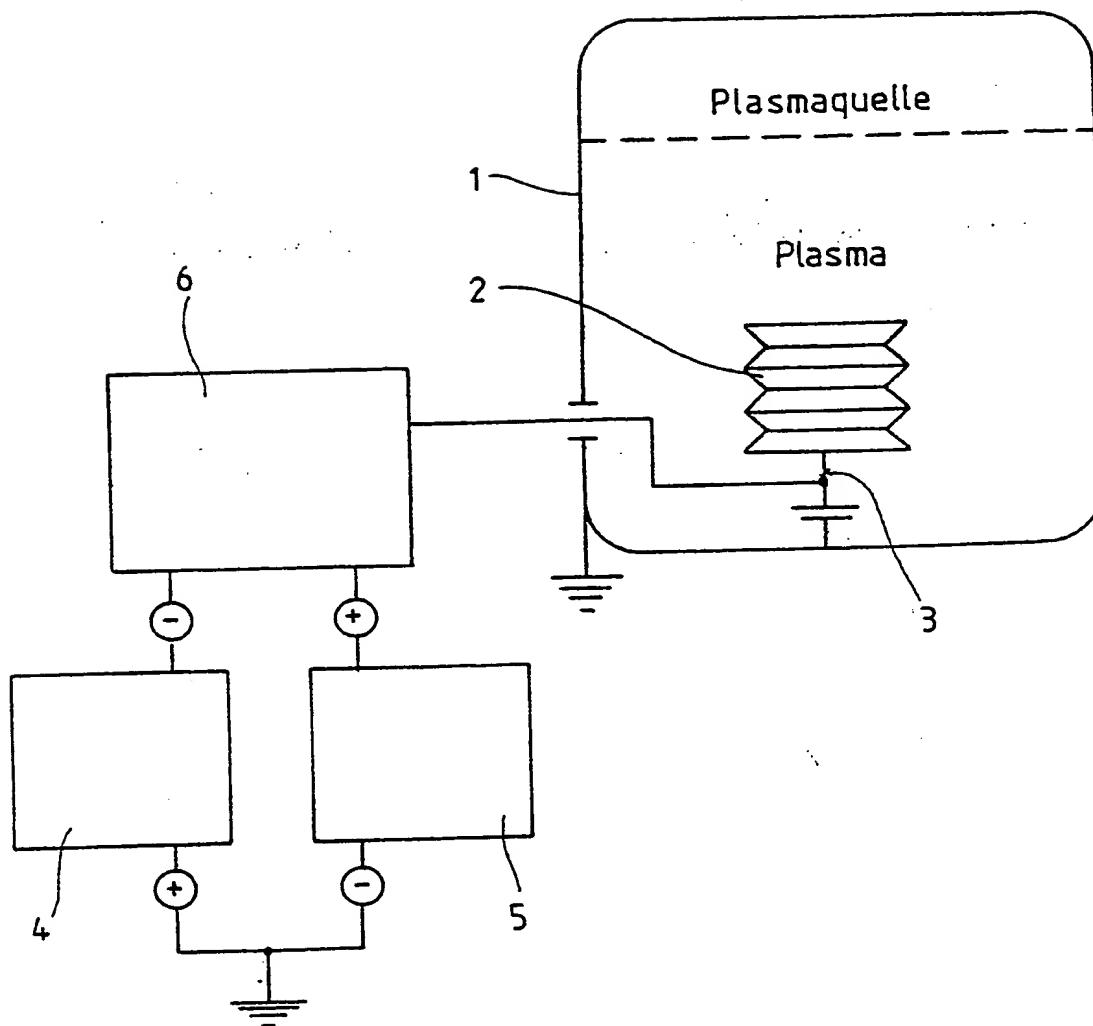
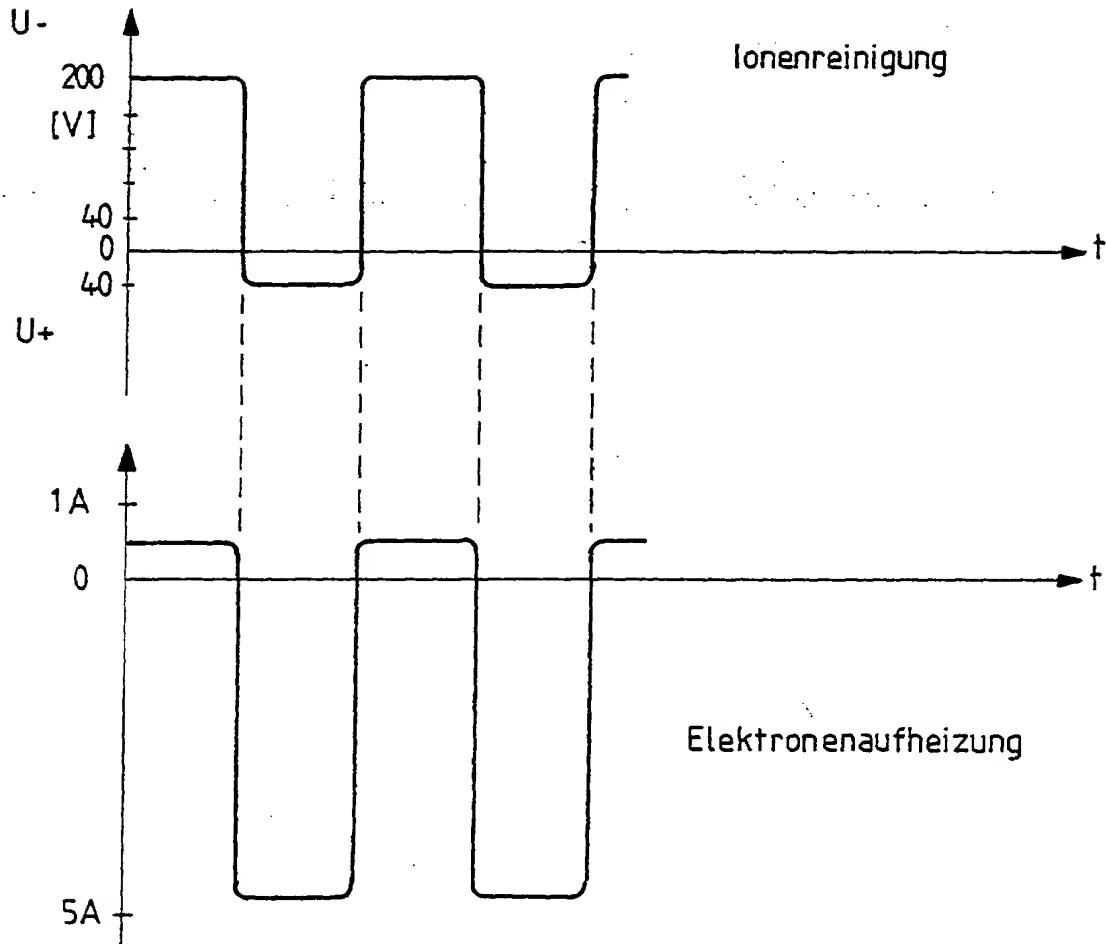


Fig. 3



DOCKET NO: GR 987 3829 P

SERIAL NO: 09/840,552

APPLICANT: Döpper

LERNER AND GREENBERG P.A.

P.O. BOX 2480

HOLLYWOOD, FLORIDA 33022

TEL. (954) 925-1100